

## **Preparação de lote Padrão de trigo nas faixas de 10-15% (b.u) seguindo as normas ISO 30 e 35”**

ANA V.U. BRAGA<sup>2</sup>, THALITA C. M. CERVEZAN<sup>3</sup>, HECTOR A. PALÁCIOS-CABRERA<sup>1</sup>, ELISABETH H. NABESHIMA<sup>3</sup>

Nº 10244

### **RESUMO**

O estudo visa obter amostras de trigo homogêneas na faixa de umidade de 10-14%. As metodologias empregadas para a obtenção de candidatos a material de referência (padrão de grãos de trigo com distintos teores de umidade 10-14%) estão baseadas em ensaios com dessecadores com diferentes pressões e modificação da metodologia de Gough (1975) assim como procedimentos das Normas ISO 30 e 35, principalmente no referente a avaliação da homogeneidade dos lotes obtidos (ISO 2000; ISO 1989). Os parâmetros de homogeneidade foram avaliados pela ANOVA e a comparação de métodos foi feito pelo método de tukey. Foi feita a comparação de métodos para determinação de umidade de trigo por: método da estufa do AACC-44-15 A e do Ministério de Agricultura, Infravermelho, capacitância. Foram obtidas amostras homogêneas com relação ao teor de umidade no tratamento de 40% de pressão e 21 dias de armazenamento e pela metodologia de Gough foram obtidos lotes homogêneos em todos os níveis de teor de umidade entre 10-14%. A comparação das metodologias apresentou uma boa correlação entre todos os métodos com exceção do AACC modificado. A melhor correlação houve entre a metodologia AACC 44-15 A e o método do infravermelho.

**Palavras-chave:** trigo, grão, umidade, material de referência, comparação de metodologias.

### **ABSTRACT:**

The study it aims at to get homogeneous, steady and later conditional samples in the band of 10-14% humidity. The methodology used to obtain reference material candidates (wheat grain standard with different moistures 10-14% and based in trials with dissecators with different pressures and Gough methodology modified (1975) like

1. Orientador: Pesquisador, MICROBIOLOGIA CCQA/ITAL, Campinas-SP, ✉ Hector@ital.org.com

2. Bolsista CNPq: Graduação em Tecnologia em Processos Químicos, UNIARARAS, Araras - SP.

3-Colaborador: Pesquisador, Cereal-Chocotec/ITAL e Estagiário do CCQA/ITAL

as ISO 30-35 norms and procedures, principally in concerning to evaluation the homogeneity were evaluated for ANOVA and the method comparison was made for Tukey methodology. It was as methodology comparison for wheat moisture determination was made: oven method: AACC-44-15 A routine method and modified , Agriculture Ministry (Brazil), infrared methodology and capacitance method. They were obtained homogenous samples with relation a moisture parameter with treatment of 300 mmHg (pressure) and 21 days of storage, and the Gough methodology were obtained good homogenous samples too. The comparison between the methodologies showed a good correlation with exception the AACC modified methodology. The best correlation was between the AACC 44-15 A and infrared methodology.

**Keywords:** wheat, grain, moisture, reference material, methodology comparison.

## **1- INTRODUÇÃO**

O controle de porcentagem de umidade em grãos de trigo é de fundamental importância tanto no aspecto econômico, como no tecnológico e de estabilidade durante a estocagem. A utilização de materiais de referencia tem sido encorajada por propiciar a rastreabilidade essencial, para demonstrar a precisão do resultado, para calibração de equipamentos e métodos, monitoração do desempenho do laboratório, além da validação e comparação métodos (estufa, capacitância e infravermelho). Materiais de referência são substâncias que têm um ou mais valores de propriedades suficientemente homogêneos e bem estabelecidos para serem usados na calibração de um aparelho, na avaliação de um método de medição ou atribuição a valores ou materiais, e os materiais de referência certificados, são materiais de referência com valores certificados para uma ou mais propriedade de interesse (ABNT, 2001).

## **2- MATERIAL E MÉTODOS**

Foram utilizados grãos de trigo do genótipo IAC-364. O estudo visa obter amostras homogêneas na faixa de umidade de 10-14%. Visando a obtenção de amostras homogêneas na primeira etapa do estudo as amostras foram separadas em 3 lotes

com cerca de 3 kg de grãos de trigo cada e armazenadas em caixas de vidros sendo submetidas a 3 pressões diferentes (120 mmHg - 20% de vácuo, 300 mmHg - 40% de vácuo e 420 mmHg - 30% de vácuo) no intervalo de 7, 21 e 35 dias. Numa segunda etapa utilizando como base na metodologia de Gough (1975) foram obtidos outros 5 lotes homogêneos e posteriormente foi realizada a comparação de 5 metodologias de determinação de umidade do grão de trigo.

## 2.1. Determinação de umidade

Todas as análises de umidade foram expressas em base úmida (% b.u.) e determinadas em estufa marca Nova Ética modelo 400/5ND.

## 2.2. Método da estufa do Ministério de Agricultura

Conforme o método do Ministério da Agricultura do Brasil (1992), as amostras foram pesadas e colocadas em temperatura de  $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$  durante 24 horas

## 2.3- Método da estufa do AACC 44-15 A (2000)

Conforme o método de AACC 44-15 A (2000) as amostras foram pesadas 2 g de trigo moído e colocadas em temperatura de  $130^{\circ}\text{C}$  durante 1 hora. Foi também feito uma modificação desta metodologia utilizando grão inteiro sem moer.

## 2.4 Método de Capacitância

Foi utilizado o equipamento Gehaka G-600 para a determinação de umidade

## 2.5- Método Infravermelho

Foi utilizado o equipamento OHAUS. Colocou-se uma quantidade de amostra de 5 g nas condições de  $130^{\circ}\text{C}$  por 15 minutos

## 2.5. Análise estatística

Análise de Variância (ANOVA) será utilizada para avaliação de obtenção de lotes homogêneos. Análise de tukey foi utilizada para avaliar a comparação de metodologias de umidade.

## 3- RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nas tabelas 1 e 2 são apresentados os resultados de obtenção de lotes homogêneos no ensaio que se utilizaram num período de 35 dias com intervalos, diferentes pressões visando otimizar a melhor situação para a obtenção de lotes homogêneos. Na tabela 3 são apresentados os resultados de homogeneidade obtidos pelo método de Gough (1975) e na tabela 4 se apresenta a comparação de metodologias.

**TABELA 1-** Analise de Variância -Avaliação de tempo de armazenamento (dias) em diferentes pressões vs homogeneidade do teor de umidade.

Fonte de Variação	Homogeneidade	F calculado	F critico	Valor- P
7 dias	Entre sub-lotes	1,9447	5,1432	0,223
21 dias	Entre sub-lotes	0,0184	5,1432	0,981
35 dias	Entre Sub-lotes	0,8258	5,1432	0,482

**TABELA 2-** Analise de Variância -Avaliação das pressões (mmHg) em diferente tempo de armazenamento (dias) vs homogeneidade do teor de umidade.

Fonte de Variação	Homogeneidade	F calculado	F critico	Valor- P
20% (120 mmHg)	Entre sub-lotes	0,9652	0,4330	0,433
40% (300 mmHg)	Entre sub-lotes	0,3013	0,7504	0,750
60% (420 mmHg)	Entre Sub-lotes	0,8744	0,4642	0,464

**TABELA 3-** Análise de Variância da Homogeneidade do teor de umidade de grãos de trigo- Metodologia de estufa do Ministério de Agricultura (105°C-24 hs).

Trigo % B.U	Homogeneidade	F calculado	F critico	Valor- P
Lote 1(10,22 ± 0,08)	Do sub-lote	2,22	6,94	0,2242
Lote 2 (11,79 ± 0,04)	Do sub-lote	7,09	6,94	0,0485
Lote 3 (12,68 ± 0,09)	Do Sub-lote	0,01	6,94	0,9913
Lote 4(13,78 ± 0,10)	Do Sub-lote	2,08	6,94	0,2400
Lote 5 (14,74 ± 0,11)	Do Sub-lote	2,88	6,94	0,1677

De acordo aos resultados obtidos nos lotes obtidos e avaliados pela ANOVA todos os lotes exceto o lote 2 apresentam características de homogeneidade do material avaliado na mesma embalagem.

**TABELA 4-** Teores de umidade (% b.u.) de trigo em grão não beneficiado, comparando 5 diferentes metodologias.

Metodologias	Teor de umidade (% b.u.)				
Estufa: AACC-44-15A	10,10 ± 0,16 B	11,47 ± 0,31 A	12,10 ± 0,08 B	12,98 ± 0,33 A	13,99 ± 0,06 D
Estufa: Ministério de Agricultura	10,04 ± 0,04 B	11,60 ± 0,04 A	12,65 ± 0,07 A	13,62 ± 0,08 A	14,65 ± 0,00 C
Eletrônico: Capacitância	11,37 ± 0,06 A	11,97 ± 0,06 A	12,97 ± 0,21 A	13,63 ± 0,15 A	16,00 ± 0,35 A
Calorimétrico Infravermelho	9,83 ± 0,15 B	11,33 ± 0,42 A	12,03 ± 0,06 B	13,67 ± 0,71 A	13,97 ± 0,05 D
Estufa: AACC-Modificado	7,74 ± 0,08 C	9,22 ± 0,06 B	10,42 ± 0,12 C	11,60 ± 0,18 B	15,30 ± 0,00 B
d.m.s nível 5%	0,294	0,637	0,324	0,987	0,573

d.m.s diferença mínima significativa do teste de Tukey ao nível de erro de 5% de probabilidade. As amostras (média  $\pm$  desvio padrão) seguidas de mesmas letras maiúsculas na coluna não diferem ao nível de 5 %.

Os resultados apresentados na tabela 1 e 2 sugerem que nas condições testadas podem se obter lotes homogêneos. Cabe ressaltar que O p-valor quando maior, menor é o F calculado e melhor é a homogeneidade. Na tabela 3 são apresentados os resultados de avaliação de lotes homogêneos obtidos segundo Gough (1975). É importante mencionar que destes lotes foram utilizadas amostras para a comparação de metodologias que está descrita na tabela 4. Os resultados apresentados na tabela 4 evidenciam que pode haver diferença significativa entre os métodos de determinação de umidade. A melhor correlação de metodologias houve entre a metodologia de Infravermelho e a metodologia AACC-44-15 A.

#### **4- CONCLUSÕES**

Obtiveram se lotes homogêneos de trigo com umidade conhecida. A comparação de metodologias apresenta diferenças significativas entre os diferentes métodos.

#### **5- AGRADECIMENTOS**

A CNPq pela bolsa concedida

#### **6- REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

AACC. **American Association of Cereal Chemists**. 10th ed., St. Paul: AACC, 2000.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – NBR/ISO GUIA 30: Temos e Definições Relacionados com Materiais de Referência, Rio de Janeiro, 2001.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION – ISO Guide 35: Certification of reference materials – General and Statistical Principles, Switzerland, 1989.

GOUGH, M.C. A simple technique for the determination of humidity equilibria in particulate foods. *Journal of Stored Products. Research. Slough*, v. 11, p. 161-166, 1975.

MINISTÉRIO DE AGRICULTURA E REFORMA AGRÁRIA: Regras para análise de sementes Coordenação de Laboratório Vegetal, Brasília, 1992, 365p